



(12) **Offenlegungsschrift**
(10) **DE 40 40 150 A 1**

(51) Int. Cl. 5:
C04B 41/85
C 23 D 5/02
C 23 C 26/00
C 04 B 35/10
B 05 D 1/18
B 01 J 35/04
B 01 J 37/02
// B01J 21/04, 21/06,
23/10, 23/76

DE 40 40 150 A 1

(21) Aktenzeichen: P 40 40 150.2
(22) Anmeldetag: 15. 12. 90
(43) Offenlegungstag: 29. 8. 91

(30) Innere Priorität: (32) (33) (31)

28.02.90 DE 40 06 205.8

(71) Anmelder:
Degussa AG, 6000 Frankfurt, DE

(72) Erfinder:

Schmidt, Felix, Dr.; Baumgartner, Wilfried, 7888
Rheinfelden, DE; Manner, Reinhard, Dr., 6457
Maintail, DE; Birtigh, Gerhard, 6369 Nidderau, DE;
Dittrich, Ewald, 6451 Grotzkrotzenburg, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Verfahren zum Belegen von Keramikwabenkörpern mit feinteiligen Feststoffen

(55) Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur gleichmäßigen Belegung von Wabenkörpern mit feinteiligem Feststoff aus einer Dispersion in einer Menge, welche unterhalb der bei üblichem Tauchen Zustandekommenden liegt. Dazu wird die Wabe von unten mit Dispersion geflutet, nach einer Haltezeit entleert und ausgeblasen. Füllzeit, Füllmenge, Haltezeit geflutet, Entleerungszeit sowie die Zeit zwischen Entleerung und Ausblasen werden so bemessen, daß zur Vergrößerung der abgeschiedenen Feststoffmenge Füllzeit, Haltezeit, Auspumpzeit und die Zeit zwischen Entleerung und Ausblasen erhöht, aber die Füllmenge erniedrigt wird.

DE 40 40 150 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur gleichmäßigen Belegung eines Wabenkörpers aus Keramik oder Metall mit einer Menge des Feststoffs einer Beschichtungsdispersion, welche bei einer gegebenen konstanten Dichte der Beschichtungsdispersion unterhalb derjenigen liegt, welche im Gleichgewicht zwischen Wabenkörper und Beschichtungsdispersion zustandekommt.

Beim Beschichten von porösen keramischen Trägern des Monolithtyps mit feinteiligen Oxiden, z. B. aktivem Al_2O_3 zur Erhöhung der Oberfläche einer aufzubringenden katalytisch aktiven Komponente wurden die Träger bisher bis zur völligen Füllung der Zellen in eine wässrige Dispersion des Oxids getaucht oder mit der Dispersion durchflutet. Dann wurde die in den Zellen verbleibende überschüssige Dispersion durch Ausblasen oder Absaugen entfernt (Ullmanns Encyklopädie der techn. Chemie, 3. Auflage, 9. Band, (1957), S. 273, 274). Dabei kamen stets Beschichtungen entsprechend der vollständigen Absättigung des Wasserporenvolumens des jeweiligen Keramikträgers zustande. Das bekannte Verfahren erlaubt nur die Verwendung relativ niedrigkonzentrierter, d. h. dünnflüssiger Oxiddispersionen, so daß eine mehrfache Beschichtung mit Zwischentrocknen erforderlich ist, um eine anwendungsgerechte Oxidmenge aufzubringen. Die im Einzelfall je Träger aufziehende Oxidmenge ist strikt an die Porosität bzw. Saugfähigkeit des Trägers gebunden, so daß in einer Vielzahl von Trägern die resultierenden Beladungsmengen stark schwanken. Hinzu kommt, daß der Tauchvorgang so langsam ausgeführt werden muß, daß es nicht zu einer Überflutung der beim Tauchen oben liegenden Stirnfläche und damit zu Lufteinschlüssen im monolithischen Wabenkörper kommt, bevor die aufsteigende Flüssigkeitssäule der Dispersion diese Stirnfläche erreicht. Ist dies nämlich nicht der Fall, verbleiben unbeschichtete Bereiche im monolithischen Wabenkörper.

Ein in DE-AS 25 26 489 beschriebenes, technisch recht aufwendiges Verfahren umgeht die Problematik des einfachen Tauchens eines monolithischen Wabenkörpers durch Einbringen des Wabenkörpers in eine druckfeste Kammer. Evakuieren dieser Kammer und des in ihr befindlichen Wabenkörpers bzw. dessen Poren, Fluten der Kammer mit der Dispersion und Aufbau eines Überdrucks in der Kammer zur Einpressung der Dispersion in die Poren sowie anschließendes Entfernen der in den Zellen des monolithischen Wabenkörpers verbleibenden überschüssigen Dispersion.

Eine Lehre zur gleichmäßigen Aufbringung gewünschter Feststoffmengen wird in genannter Schrift nicht geltend gemacht.

Der Erfahrung liegt die Aufgabe zugrunde, diese Nachteile zu überwinden und ein Beschichtungsverfahren zu schaffen, mit dem eine gewünschte Beschichtungsmenge in gleichmäßiger Verteilung, unabhängig von einer gegebenen Saugfähigkeit eines porösen Keramikträgers oder einer gegebenen Adsorptionswirkung eines Metallträgers, aufgebracht und die Streuung der Beladungsmengen innerhalb einer Trägerserie verhindert werden kann.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur gleichmäßigen Belegung eines Wabenkörpers aus Keramik oder Metall mit einer Menge des Feststoffs einer Beschichtungsdispersion, welche bei einer gegebenen konstanten Dichte der Beschichtungsdispersion unterhalb derjenigen liegt, welche im Gleichgewicht zwischen Wabenkörper und Beschichtungsdispersion zustandekommt, gelöst, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man den Wabenkörper in eine formgleiche, innen mit mindestens einer aufblasbaren Dichtung versehene vertikale Tauchkammer einbringt, die Abdichtung herstellt und in die Tauchkammer von unten die Dispersion einpumpt, diese nach einer Haltezeit wieder auspumpt und den Wabenkörper nach Lösen der Dichtung(en) und Entnahme aus der Tauchkammer durch Ausblasen oder Absaugen von überschüssiger Dispersion befreit, wobei die Füllzeit, die Füllmenge, die Haltezeit im gefluteten Zustand und die Auspumpgeschwindigkeit sowie die Zeit zwischen Auspumpen und Ausblasen oder Absaugen nach der aufzunehmenden Feststoffmenge derart bemessen werden, daß zur Anhebung der Feststoffmenge die Füllzeit, die Haltezeit, die Auspumpzeit und die Zeit zwischen Auspumpen und Ausblasen oder Absaugen erhöht, aber die Füllmenge erniedrigt wird, wobei diese Maßnahmen einzeln oder in beliebiger Kombination anwendbar sind.

Steuerungsmöglichkeiten für die Feststoffmengen-Aufnahme bestehend also über folgende Variablen im Beschichtungsablauf:

- 50 a) Füllgeschwindigkeit/Füllzeit,
- b) Füllmenge,
- c) Haltezeit,
- d) Entleerung (Geschwindigkeit und Zeit),
- e) Zeit zwischen Auspumpen und Ausblasen.

Dabei zeigen die einzelnen Maßnahmen unterschiedliche Einflußgrößen:

a) Füllgeschwindigkeit und Füllzeit

Bei sehr geringen Füllgeschwindigkeiten, d. h. sehr langen Füllzeiten wird die Feststoffmengenverteilung in Kanalrichtung schlecht. Es entsteht eine Schrägverteilung mit aufsteigender Feststoffkonzentration von der Einströmseite bis zur Austrittsseite. Dies wird darauf zurückgeführt, daß die einströmende Dispersion im unteren Bereich einen Spülereffekt erzeugt, der bei gleichzeitiger Aufkonzentrierung der Dispersion nach oben abnimmt. Wichtig ist daher, daß der Wabenkörper rasch gefüllt wird, so daß die Saugwirkung über die ganze Kanalfläche praktisch gleichzeitig einsetzt.

Fig. 1 zeigt die Feststoffmengenverteilung bei langsamem und schnellem Füllen.

Bei Beschichtung unterschiedlicher Trägergrößen sind Pumpenleistung und Füllklappenöffnung entsprechend

DE 40 40 150 A1

anzupassen. Es wurde gefunden, daß eine Füllzeit von 4—5 sec pro 152,4 mm langem Teil günstig ist.

b) Füllmenge

Die Füllmenge kann über Füllzeit bzw. Füllstandmessung geregelt werden. Davon ist die Füllstandmessung die bessere Methode, da im wesentlichen immer die gleiche Dispersionsmenge in die zu beschichtende Wabe gepumpt wird. Die Tauchkammer wird am besten so eingerichtet, daß die obere Stirnfläche der Wabe immer gleich hoch in der Kammer sitzt und gleich hoch überflutet wird.

Es hat sich gezeigt, daß beim Pumpen unterschiedlicher Mengen Dispersion (ausgedrückt über Füllzeit) durch gleichgroße Waben ungleiche Feststoff-Beladungen auftreten. Dies belegt nachstehender Versuch 1.

5

10

15

25

30

35

40

50

55

60

65

Versuch 1

Es wurden 6 Monolithräger ein und desselben Herstellungslots aus Cordierit mit den Abmessungen:

144,8 × 81,3 × 127 mm

62 Kanäle/cm²

0,2 mm Wandstärke

bei steigenden Füllzeiten mit einer γ -Al₂O₃-Dispersion beschichtet und die Feststoffaufnahme ermittelt. Die Beschichtung erfolgte unter folgenden Einstellungen:

γ -Al ₂ O ₃ -Dispersion:	Dichte 1,568 kg/dm ³						
	Visk. 40—42 cp						
	Temp. 22,5°C						
Haltezeit:	0,5 sec						25
Abpumpzeit:	8,0 sec						
Ende Abpumpen bis Beginn Ausblasen:	4,0 sec						
Dauer Beschichtungszyklus:	20,0 sec						
Ausblasdruck:	150, 140, 130 mbar/Temp. 45°C						30

Träger-gewicht g	Gew. nach Ausblasen g	BD Naß-aufnahme g	Trocken-gewicht g	Trocken-aufnahme g	Füll-zeit sec	Feststoff aufgenommen %	
569	952	383	754	185	6,7	48,30	
569	954	385	755	186	6,7	48,31	40
541	916	375	721	180	7,7	48,00	
544	913	369	721	177	7,7	47,97	
543	882	339	703	160	8,7	47,20	
543	878	335	701	158	8,7	47,16	45

Wie die Tabelle zeigt, nimmt die Feststoff-Aufnahme bei Vergrößerung der Füllmengen (ausgedrückt durch Verlängerung der Füllzeit bei gleicher Pumpenleistung) ab und das Verhältnis zwischen aufgenommenem Feststoff und aufgenommenem Wasser verschiebt sich zu Gunsten des Wassers.

c) Haltezeit

Als Haltezeit gilt die Zeit zwischen dem Ende des Füllens und dem Beginn des Auspumpens. Der Wabekörper steht während dieser Zeit voll mit Beschichtungsdispersion und saugt weiter Wasser aus der Dispersion an. Die direkt an der Kanalwand anliegende Schicht erhält dadurch eine hohe Feststoffkonzentration.

Mit Abnahme des Saugvermögens des Wabekörpermaterials sinkt auch der Einfluß der Haltezeit. Diese ist damit dem Wabekörpermaterial und den Kanalwandstärken anzupassen.

Versuch 2

Träger und sonstige Einstellungen entsprechen Versuch 1 (Füllzeit; 6,7 sec).

DE 40 40 150 A1

Trägergewicht g	Gew. nach Ausblasen g	BD Naß-aufnahme g	Trockengewicht g	BD Trocken-aufnahme g	Haltezeit sec	Feststoff aufgenommen %
5	550	940	390	735	0,5	47,44
	550	942	392	736	0,5	47,45
10	550	955	405	742	1,0	47,41
	550	957	407	743	1,0	47,42
15	550	970	420	748	2,0	47,14
	550	967	417	747	2,0	47,24

Das vom Wabenkörper aufgenommene Feststoff/Wasser-System wird durch die Haltezeitverlängerung zu gunsten des Wassers verschoben. Naß- und Trockenaufnahme steigen aber doch merklich an.

d) Auspumpen (Geschwindigkeit und Zeit)

Die Entleerung der Wabenkörper durch Auspumpen nach abgelaufener Haltezeit hat ebenfalls einen Einfluß auf die aufgenommene Washcoatmenge. Sie ist abhängig von Pumpenleistung und Pumpzeit.

Im nachstehenden Versuch wurde die Auspumpzeit stufenweise verlängert, was mit einer besseren Entleerung der Kanäle einhergeht. Das immer noch wirkende Saugvermögen fixierte den abgeschiedenen Überzug besser auf den Kanalwänden des Wabenkörpers.

25 Versuch 3

Einstellung und Träger wie bei Versuch 1 (Füllzeit 6,7 sec).

Trägergewicht g	Gew. nach Ausblasen g	BD Naß-aufnahme g	Trockengewicht g	BD Trocken-aufnahme g	Auspumpzeit sec	Feststoff aufgenommen %
35	573	956	383	735	8,0	47,00
	573	959	386	744	8,0	44,30
40	557	937	380	738	9,0	47,63
	558	950	392	744	9,0	47,45
45	573	968	395	701	10,0	47,60
	575	990	415	775	10,0	48,19

e) Zeit zwischen Auspumpen und Ausblasen

Die Zeit zwischen Auspumpen und dem anschließenden Freiblasen bzw. Freisaugen geht ebenfalls in die Feststoffaufnahme ein, dies um so mehr, wenn die vorhergehenden Schritte sehr schnell durchgeführt werden und die Sättigung durch Wasseraufnahme noch deutlich unterschritten ist.

Der Einfluß wurde im Versuch 4 untersucht: Träger und Einstellung wie bei Versuch 1 (Füllzeit 6,7 sec)

Trägergewicht g	Gew. nach Ausblasen g	BD Naß-aufnahme g	Trockengewicht g	BD Trocken-aufnahme g	Pausenzeit sec	Feststoff aufgenommen %
55	570	953	383	753	4,0	47,78
	572	956	384	756	4,0	47,92
	573	952	379	755	4,0	48,02
60	573	963	390	760	6,0	47,92
	574	966	392	762	6,0	47,98
	572	957	385	757	6,0	48,03
65	571	968	397	762	8,0	48,10
	570	965	395	760	8,0	48,09
	568	967	399	760	8,0	48,08

Einen Einfluß hat auch noch die Menge der nach Auspumpen noch in den Kanälen befindlichen Dispersion.

DE 40 40 150 A1

Dieser Einfluß ist abhängig von der Auspumpzeit und der installierten Pumpenleistung, (bei Versuch 4 hatte die Entleerpumpe eine theoretische Leistung von 3 m³/h).

Die Erfindung wird nachfolgend anhand der Zeichnung und mit Ausführungsbeispielen weiter erläutert. In der Zeichnung zeigt:

- Fig. 1 die Feststoffmengenverteilung 5
- a) bei bisher üblichem langsamen Füllen und
- b) bei raschem Füllen gemäß der Erfindung;
- Fig. 2 die zur Ausführung der Erfindung verwendete Apparatur;
- Fig. 3 die Washcoat-Längenverteilung, erzielt im Beispiel 1;
- Fig. 4 die im Beispiel 2 erzielte radiale Washcoatverteilung;
- Fig. 5 die im Beispiel 3 erzielte Oberflächenverteilung des Washcoats;
- Fig. 6 die im Beispiel 4 erzielte Washcoat-Längsverteilung;
- Fig. 7 die im Beispiel 5 bei bisheriger Arbeitsweise erhältlichen Mittelwerte der Washcoataufnahme bei einer größeren Anzahl von Wabenkörpern und
- Fig. 8 die im Beispiel 5 bei erfindungsgemäßer Arbeitsweise erhältlichen Mittelwerte der Washcoatverteilung bei einer größeren Anzahl von Wabenkörpern.

Die im erfindungsgemäßen Belegungsverfahren verwendete Tauchkammer hat gemäß Fig. 2 folgenden Aufbau:

Ein rechteckiges, vertikal stehendes Tauchkammergehäuse 16 ist mit einer rechteckigen Bodenplatte 15 von etwas größeren Abmessungen als der Querschnitt des Tauchkammergehäuses verbunden. Die Bodenplatte enthält eine zentrale Bohrung, in das eine mit einem Faltenbalg 18 geschützte Gleithülse 19 zur Aufnahme eines auf- und ab-beweglichen Stempels 3 eingeschraubt ist. Durch die Bodenplatte führen des weiteren Füll- und Entleerungsleitungen 9. Der Stempelschaft trägt an seinem oberen Ende eine Auflageplatte 2 für den Wabenkörper. Ein rechteckiges Innengehäuse 11 mit einem nach innen vorspringenden oberen ringförmigen Rand ist bündig in das Gehäuse eingesetzt und bildet den sog. permanenten unteren Tauchkammereinsatz. Er begrenzt den Vorflutraum 10.

Auf das als Einsatz ausgebildete Innengehäuse 11 können Wechselseinsätze 12, 13, 14 aufgelegt werden. Sie haben die Form von Scheiben von geringfügig größerer Öffnungsweite als der Durchmesser des Wabenkörpers 1, so daß sie quasi die Zylinderwand für den reziprokernden Wabenkörper abgeben. Scheibenstärke bzw. Zahl der Wechselseinsätze richten sich nach der Länge der jeweils zu beschichtenden Wabenkörper. Die unteren und oberen Abschnitte eines gegebenen Wabenkörpers werden durch die in das dem Tauchkammergehäuse 16 eingelegten aufblasbaren Gummimanschette 8 und 7, fixiert, wobei die äußere Manschettenform der Tauchkammer und die innere der Trägerform entspricht. Unterhalb 8 ist ein am Wechselseinsatz 13 anliegender Federring als Auflagesteg 6 für den Wabenkörper eingesetzt. Ein oberhalb der Manschette angeordnetes ringförmiges Formstück 5 dient als Tauchkammerkopf 5.

Das Tauchkammergehäuse 16 ist bei 17 an einem Tragegestell aufgehängt. Ein Faltenbalg 18 schützt die Gleitverbindung Stempel 3/Gleitbüchse 19 vor Eindringen von Beschichtungssuspension.

Eine zentrische, über dem Wabenkörper außerhalb des Tauchkammerkopfs angeordnete Lichtschranke 20 dient zur Messung des Füllniveaus. Die untere Position des Stempels ist durch 22, die obere durch 21 gekennzeichnet. 23 gibt ein mögliches Füllniveau der Tauchkammer an.

Der funktionelle Arbeitsablauf in der Tauchkammer gestaltet sich wie folgt:

- Stempel 3 fährt in die obere Lage 21;
- Träger 1 wird auf die Aufnahmeplatte 2 des Stempels gestellt;
- Stempel fährt in die untere Lage 22;
- Träger bleibt auf dem Auflagesteg 6 stehen;
- obere Manschette 7 und untere Manschette 8 werden aufgeblasen;
- Dispersionszufuhr über Leitung 9 startet mit voller Leistung der Füllpumpe, oder voller Öffnung des Füllventils;
- Füllzeit 1 läuft ab;
- Dispersionszufuhr 9 wird mit gedrosselter Leistung weiterbetrieben;
- Füllzeit 2 läuft ab;
- Lichtschranke 20 schaltet bei Erreichen des Füllniveaus 23 Zufuhr ab;
- Haltezeit läuft ab;
- untere Manschette 8 und obere Manschette 7 werden entspannt und Entleerungspumpe läuft an;
- Entleerzeit 1 läuft ab;
- untere Manschette 8 wird aufgeblasen;
- Entleerzeit 2 läuft ab;
- untere Manschette 8 wird entspannt; obere Manschette 7 wird aufgeblasen;
- Stempel 3 fährt nach oben und schiebt den Wabenkörper 1 mittels Aufnahmeplatte 2 durch die obere Manschette (dabei wird der anhaftende Washcoat auf dem Trägermantel abgestreift);
- Stempel erreicht obere Lage 21;
- obere Manschette 7 wird entspannt;
- Entleerpumpe stellt ab;
- Teil wird entnommen und ausgeblasen oder abgesaugt.

DE 40 40 150 A1

Beispiel 1

Ein keramischer Trägerkörper aus Cordierit (Firma Corning Glass) mit den Abmessungen:

5 Durchmesser:	101,6 mm
Länge:	152,4 mm
Zelldichte:	42 Zellen pro cm ²
Wandstärke:	0,31 mm

10 wurde in einem einzigen Schritt in der Tauchkammer mit Washcoat beschichtet.
Der Washcoat hatte folgende Eigenschaften:

15 Konzentration:	48,7 Gew.-% Oxide (Oxid-Zusammensetzung: 84,92 Gew.-% Al ₂ O ₃ , 5,30 Gew.-% CeO ₂ , 6,82 Gew.-% ZrO ₂ , 2,96 Gew.-% Fe ₂ O ₃)
Viskosität:	50 cp
Temp.:	30°C
Korngröße:	Ø 4 – 5 µm

20 Einstellung der Tauchkammer

25	Füllzeit 1: 1,5 sec	{	Füll-Klappenstellung 100%
	Füllzeit 2: 3,3 sec		4,8 sec Füll-Klappenstellung 20%
	Haltezeit:		0,0 sec
30	Entleerzeit 1:		1,5 sec
	Entleerzeit 2:		2,5 sec
	Ausstoßen:		0,8 sec
	Manschettendruck oben (7):		2,0 bar
	Manschettendruck unten (8):		4,0 bar
35	Zeit bis zum Ausblasen:		2,5 sec
	Ausblasdruck:		150 mbar
	Ausblaszeit:		13 sec

40 Das beschichtete Teil wurde 0,5 h mit einem 150°C heißen Luftstrom getrocknet und danach 1 h bei 500°C getempert.
Das Teil hatte nach Temperung eine Beladung von 150 g Washcoat. Die Längsverteilung ist in Fig. 3 dargestellt.

45 Beispiel 2

Ein Metallträger (Firma Behr) mit den Abmessungen:

50 Durchmesser:	90,0 mm
Länge:	74,5 mm
Zelldichte:	62 Zellen/cm ²
Wandstärke:	0,05 mm

55 wurde in einem einzigen Schritt in der Tauchkammer mit Washcoat beschichtet.
Der verwendete Washcoat hatte nachstehende Eigenschaften:

Konzentration: 56,3 Gew.-% Oxide (Oxid-Zusammensetzung: 77 Gew.-% Al₂O₃, 13 Gew.-% CeO₂, 7 Gew.-% ZrO₂, 3 Gew.-% Fe₂O₃).

60

65

DE 40 40 150 A1

Einstellung der Tauchkammer

Füllzeit 1:	1,8 sec	
Füllzeit 2:	1,2 sec	
Haltezeit:	0,0 sec	5
Entleerzeit 1	}	
Entleerzeit 2	4,0 sec*)	
Ausstoßen:	0,6 sec	10
Manschettendruck oben (7):	4,0 bar	
Manschettendruck unten (8):	4,0 bar	
Zeit bis zum Ausblasen:	1,5 sec	
Ausblasdruck:	100 mbar	15
Ausblaszeit:	8 sec	
*) Ein Abstreifen des Mantels vom Washcoat ist bei diesen Teilen nicht notwendig. Die Manschettensteuerung ist gegenüber des Beispiels 1 geändert. Nach Ablauf der Haltezeit bleiben beide Manschetten geschlossen und öffnen gleichzeitig mit Beginn des Ausstoßens.		
		20

Das beschichtete Teil wurde stehend im Luftstrom 0,5 h in einem Bandtrockner bei 150°C getrocknet und danach 0,33 h bei 300°C getempert.

Die Washcoataufnahme, nach Temperung bestimmt, betrug 82 g.

Das Teil war optisch sehr sauber beschichtet, eine Bestimmung der Washcoatverteilung erfolgte nur in 25 radialer Richtung gemäß Zeichnung, Fig. 4.

Beschichtungsergebnis in % der Gesamtbeladung:

K 1 = 101,4%	30
K 2 = 99,6%	
K 3 = 99,9%	
K 4 = 100,3%	

Die Gleichverteilung in radialer Richtung ist sehr gut.

Beispiel 3

Ein keramischer Trägerkörper aus Mullit (Firma NGK) mit den Abmessungen:

Länge:	150 mm	
Breite:	150 mm	
Höhe:	150 mm	
Zelldichte:	8 Zellen/cm ²	
Wandstärke:	0,62 mm	45

wurde in der Tauchkammer in einem einzigen Schritt mit Washcoat beschichtet.

Der Washcoat hatte folgende Eigenschaften:

Konzentration:	64,2 Gew.-% Oxide (87 Gew.-% Al ₂ O ₃ , 6 Gew.-% CeO ₂ , 7 Gew.-% ZrO ₂)	
Viskosität:	> 100 cp	
Temp.:	30°C	
Korngröße:	Ø 8 µm	55

60

65

DE 40 40 150 A1

Einstellung der Tauchkammer

	Füllzeit 1:	4 sec
5	Füllzeit 2:	6 sec
	Haltezeit:	0,5 sec
	Entleerzeit 1:	1,5 sec
	Entleerzeit 2:	8,0 sec
	Ausstoßen:	0,7 sec
10	Manschettendruck oben (7):	0,8 bar
	Manschettendruck unten (8):	1,5 bar
	Zeit bis zum Ausblasen:	3,0 sec
	Ausblasdruck:	150 mbar
15	Ausblaszeit:	14 sec

Das beschichtete Teil wurde stehend im Luftstrom 1 h bei 180°C in einem Brandtrockner getrocknet und anschließend 0,5 h bei 240°C getempert.

- Die Washcoataufnahme, nach der Temperung bestimmt, betrug 402 g.
 20 Die Washcoatverteilung ist in Fig. 5 zu sehen; sie ist in allen Richtungen sehr gleichmäßig.

An Kern 1 — Kern 4 gemessene Oberflächen (in m²/g)

	Kern 1	Kern 2	Kern 3	Kern 4
25	a 16	16	16	16 oberes Drittel
	b 16	17	16	17 mittleres Drittel
30	c 17	16	17	16 unteres Drittel

Beispiel 4

Ein keramischer Trägerkörper aus Cordierit (Firma Corning Glass) mit den Abmessungen:

35	Länge:	160,0 mm
	Breite:	169,7 mm
	Höhe:	80,8 mm
40	Zelldichte:	62 Zellen/cm ²
	Wandstärke:	0,16 mm

wurde in der Tauchkammer in einem einzigen Schritt mit Washcoat beschichtet.

Der Washcoat hatte folgende Eigenschaften:

45 Konzentration: 58,05 Gew.-% Oxide (Oxid-Zusammensetzung 72 Gew.-% Al₂O₃, 26 Gew.-% CeO₂, 2 Gew.-% ZrO₂).

Einstellung der Tauchkammer

	Füllzeit 1:	2,5 sec
50	Füllzeit 2:	3,0 sec
	Haltezeit:	0,0 sec
	Entleerzeit 1:	2,0 sec
55	Entleerzeit 2:	2,0 sec
	Ausstoßen:	0,6 sec
	Manschettendruck oben (7):	1,0 bar
	Manschettendruck unten (8):	3,0 bar
60	Zeit bis zum Absaugen:	2,5 sec
	Absaug-Unterdruck:	400 mbar
	Absaugzeit 1:	7,0 sec
	Pausenzeit:	3,0 sec
65	Absaugzeit 2:	9,5 sec

Das abgesaugte Teil wurde stehend im Luftstrom 0,5 h bei 150°C in einem Bandtrockner getrocknet und danach 1 h bei 1000°C getempert.

DE 40 40 150 A1

Die Washcoataufnahme, am getemperten Teil bestimmt, betrug 296 g.
Die Washcoatverteilung in Längsrichtung ist in Fig. 6 dargestellt.

Beispiel 5

Es wurde ein Prozeßvergleich mit einer größeren Anzahl keramischer Trägerkörper der Firma Corning Glass durchgeführt:

Durchmesser:	101,6 mm	
Länge:	152,4 mm	
Zelldichte:	42 Zellen/cm ²	
Wandstärke:	0,31 mm	

5

10

Die aufgebrachte Oxidbeschichtung hatte folgende Zusammensetzung:

15

Al ₂ O ₃ :	86,0%	
CeO ₂ :	6,3%	
ZrO ₂ :	5,4%	
Fe ₂ O ₃ :	2,3%	

20

Pro Teil sollten nominal 154 ± 23 g aufgebracht werden.

Mengen und Einstellungen

25

	herkömmlich Fig. 7	erfindungsgemäß Fig. 8	
N	2600 Stück	2600 Stück	30
n	104 Stück	104 Stück	
Konz. G %	42,2–43,8	46,76–47,17	
Visk. cp	38–42	49–55	
Zahl der Tauchschrifte	2	1	35
Chargengröße	100 Stück		
Proben je Charge	5 Stück		

30

35

Bei den herkömmlichen Mengen und Einstellungen war die Produktion gekennzeichnet durch starke Schwankungen des Mittelwertes der Aufnahme und ebenso große Streuungen der Individualwerte:

40

Prozeßfähigkeit = cp-Wert < 1,0.

45

Beim erfindungsgemäßen Beschichtungsvorgang ergab sich ein gleichmäßiger Verlauf des Mittelwertes bei geringer Streuung:

45

Gute Prozeßfähigkeit = cp-Wert > 2,0.

cp-Wert

50

Der Leistungsindex cp stellt eine Verbindung zwischen der Prozeßleistungsfähigkeit und den Spezifikationsstoleranzen her.

$$cp = \frac{\text{obere Spezifikationsgrenze} - \text{untere Spezifikationsgrenze}}{6 \hat{\sigma}}$$

55

$$cp = \frac{USL - LSL}{6 \hat{\sigma}}$$

60

$\hat{\sigma}$ = Standardabweichung

65

DE 40 40 150 A1

cp-Wert	Interpretation
< 1,00	Dürftig, Prozeß produziert zwangsläufig auch Ausschuß.
1,00 – 1,33	Gerade noch akzeptabel, verbessерungsbedürftig.
5 1,34 – 2,00	Gut, rechtfertigt fortgesetzte Verbesserungsanstrengungen.
> 2,00	Exzellent, langfristig anzustrebendes Ziel.

Patentanspruch

10 Verfahren zur gleichmäßigen Belegung eines Wabenkörpers aus Keramik oder Metall mit einer Menge des Feststoffs einer Beschichtungsdispersion, welche bei einer gegebenen konstanten Dichte der Beschichtungsdispersion unterhalb derjenigen liegt, welche im Gleichgewicht zwischen Wabenkörpern und Beschichtungsdispersion zustandekommt, dadurch gekennzeichnet, daß man den Wabenkörper in eine formgleiche, innen mit mindestens einer aufblasbaren Dichtung versehene vertikale Tauchkammer einbringt, die Abdichtung herstellt und in die Tauchkammer von unten die Dispersion einpumpt, diese nach einer Haltezeit wieder auspumpt und den Wabenkörper nach Lösen der Dichtung(en) und Entnahme aus der Tauchkammer durch Ausblasen oder Absaugen von überschüssiger Dispersion befreit, wobei die Füllzeit, die Füllmenge, die Haltezeit im gefluteten Zustand und die Auspumpzeit sowie die Zeit zwischen Auspumpen und Ausblasen oder Absaugen nach der aufzunehmenden Feststoffmenge derart bemessen werden, daß zur Anhebung der Feststoffmenge die Füllzeit, die Haltezeit, die Auspumpzeit und die Zeit zwischen Auspumpen und Ausblasen oder Absaugen erhöht, aber die Füllmenge erniedrigt wird, wobei diese Maßnahmen einzeln oder in beliebiger Kombination anwendbar sind.

25 Hierzu 7 Seite(n) Zeichnungen

30

35

40

45

50

55

60

65

— Leerseite —

Fig. 1: WASHCOATLÄNGSVERTEILUNG

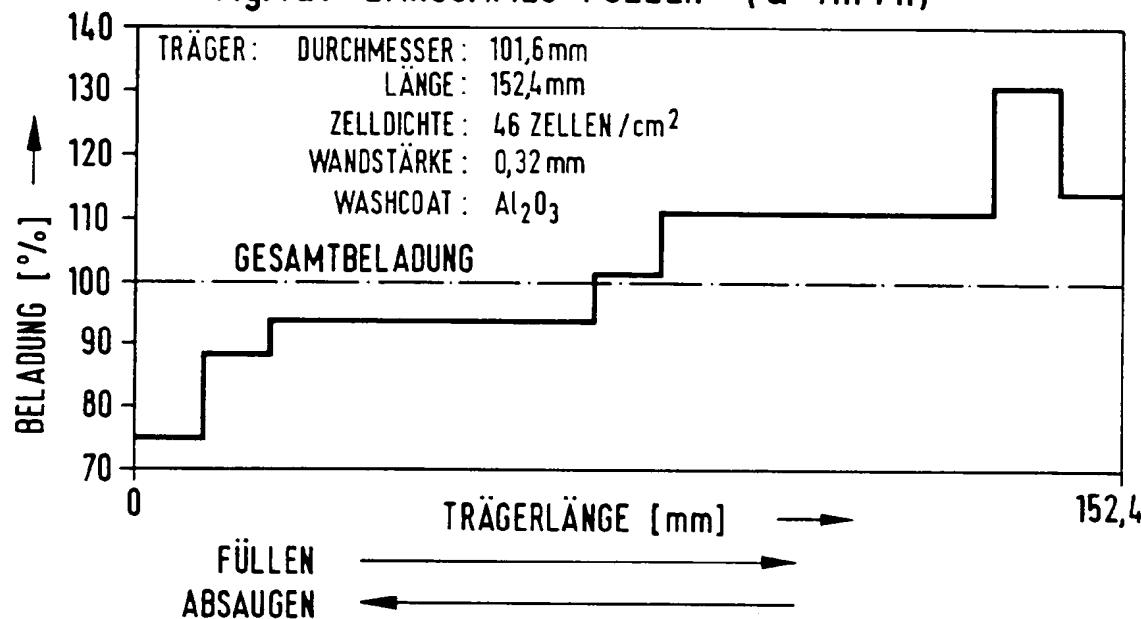
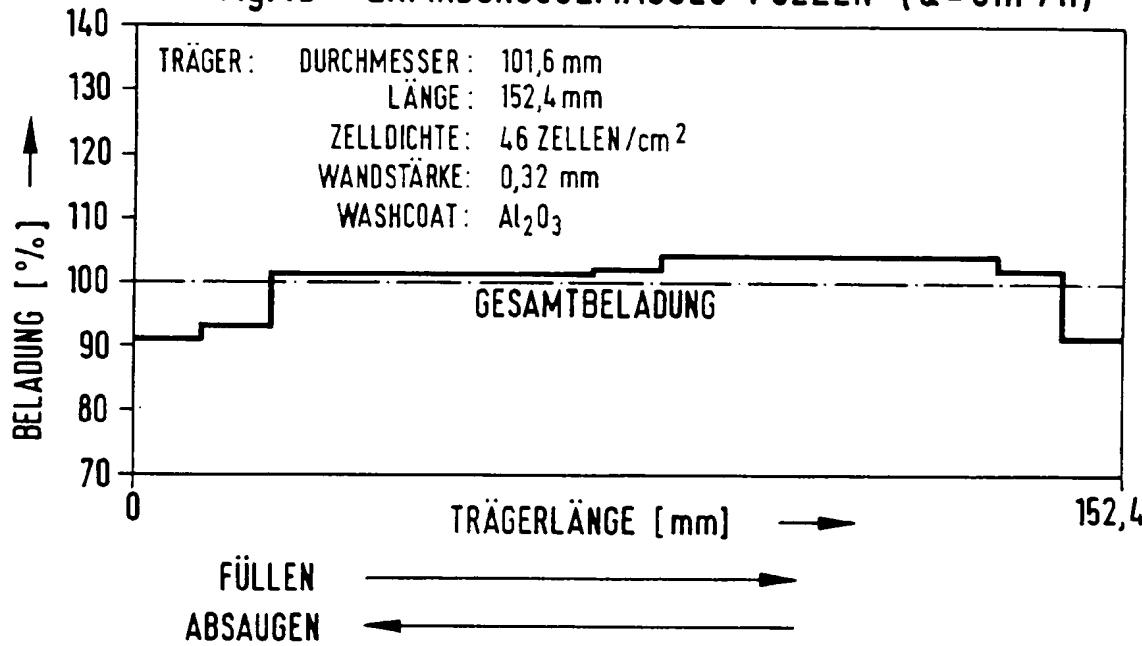
Fig. 1a: LANGSAMES FÜLLEN ($Q=1\text{m}^3/\text{h}$)Fig. 1b ERFINDUNGSGEMÄSSES FÜLLEN ($Q \geq 3\text{m}^3/\text{h}$)

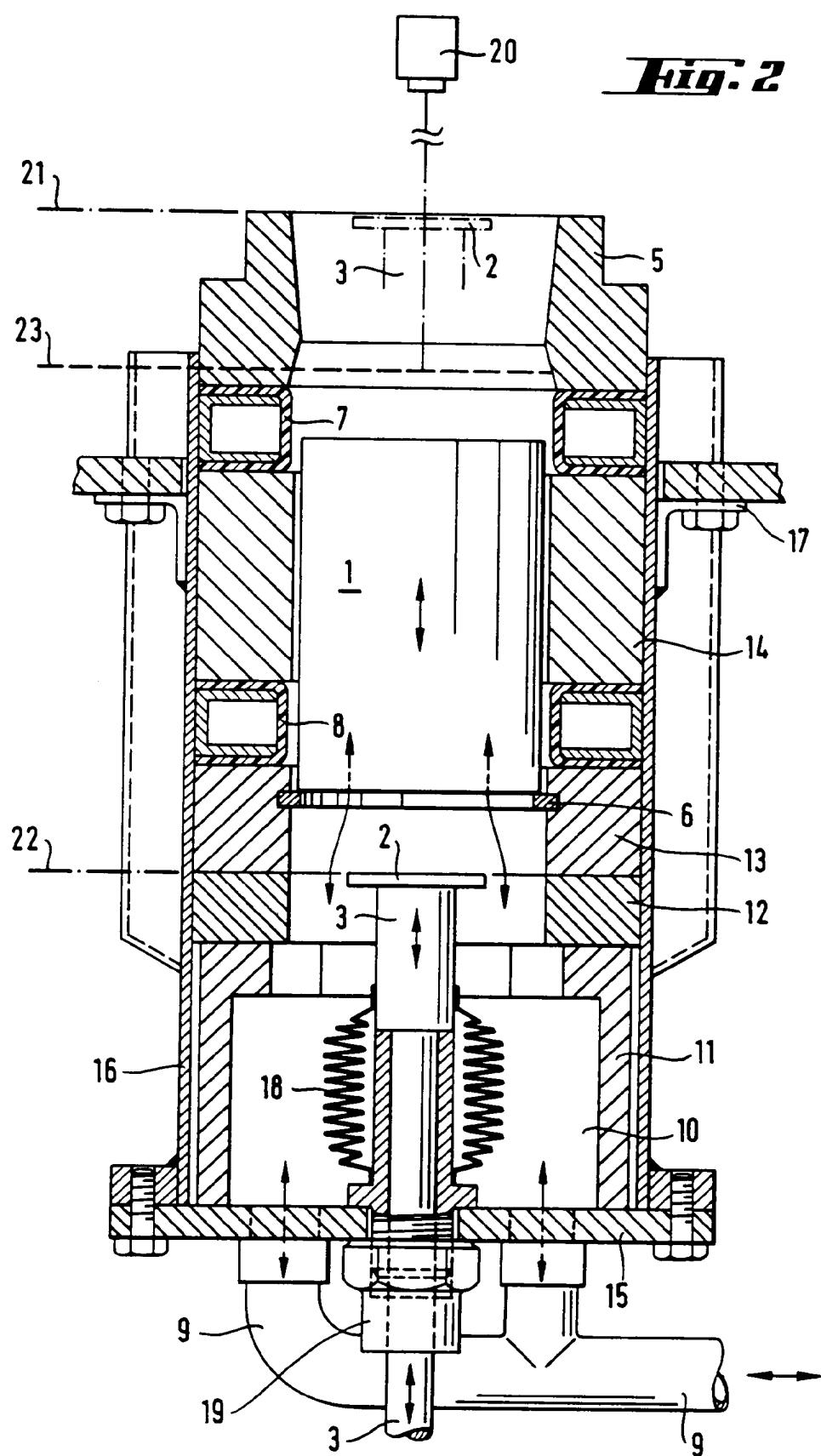
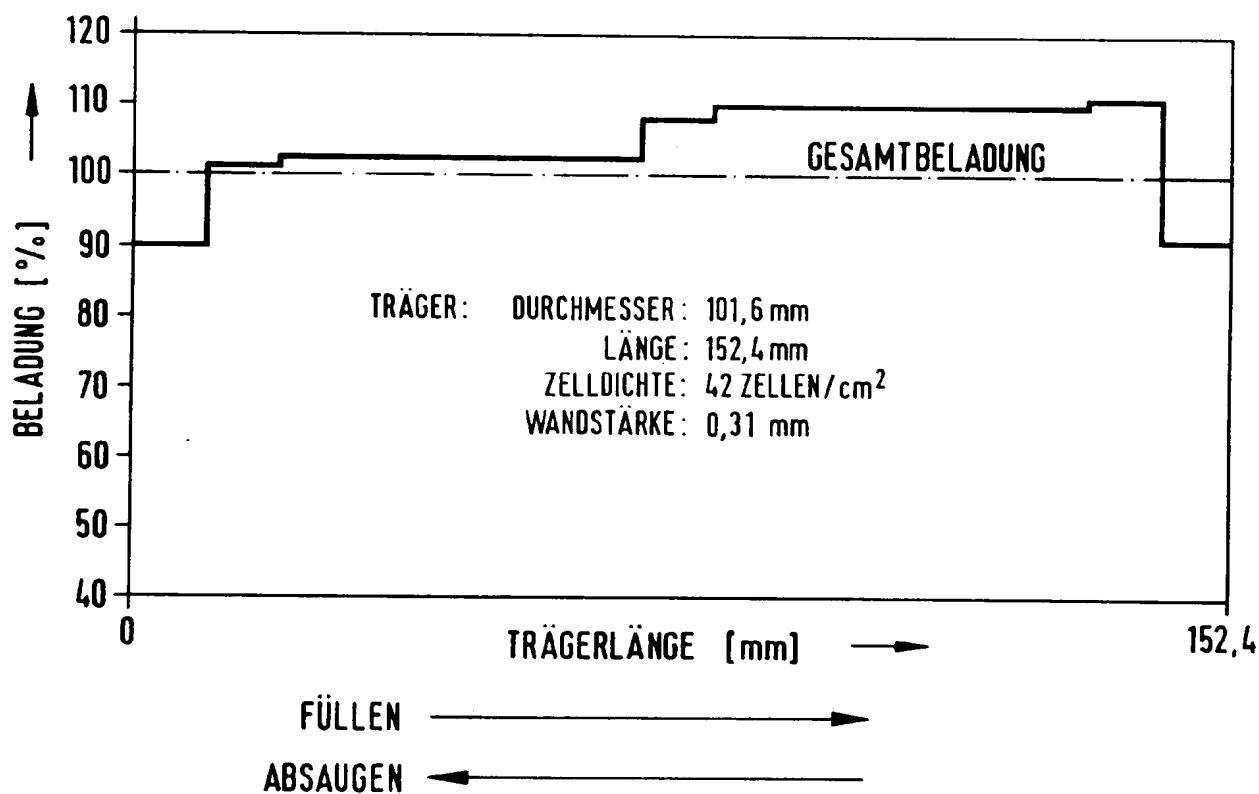
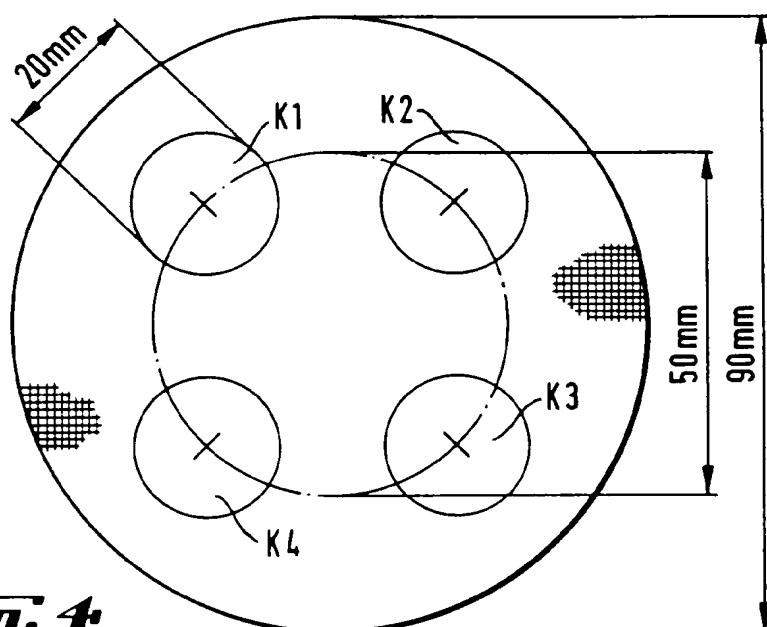
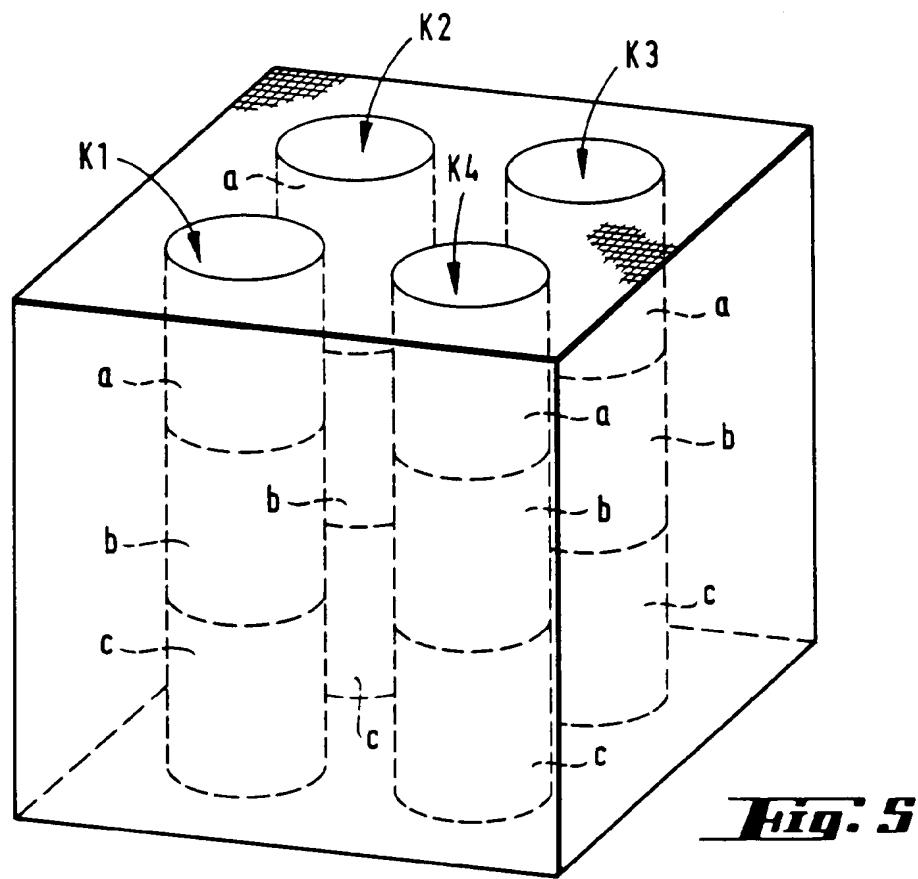
Fig. 2

Fig. 3 : WASHCOATLÄNGSVERTEILUNG
(BEISPIEL 1)



**Fig. 4****Fig. 5**

Hin. 6: WASHCOATLÄNGSVERTEILUNG
(BEISPIEL 4)

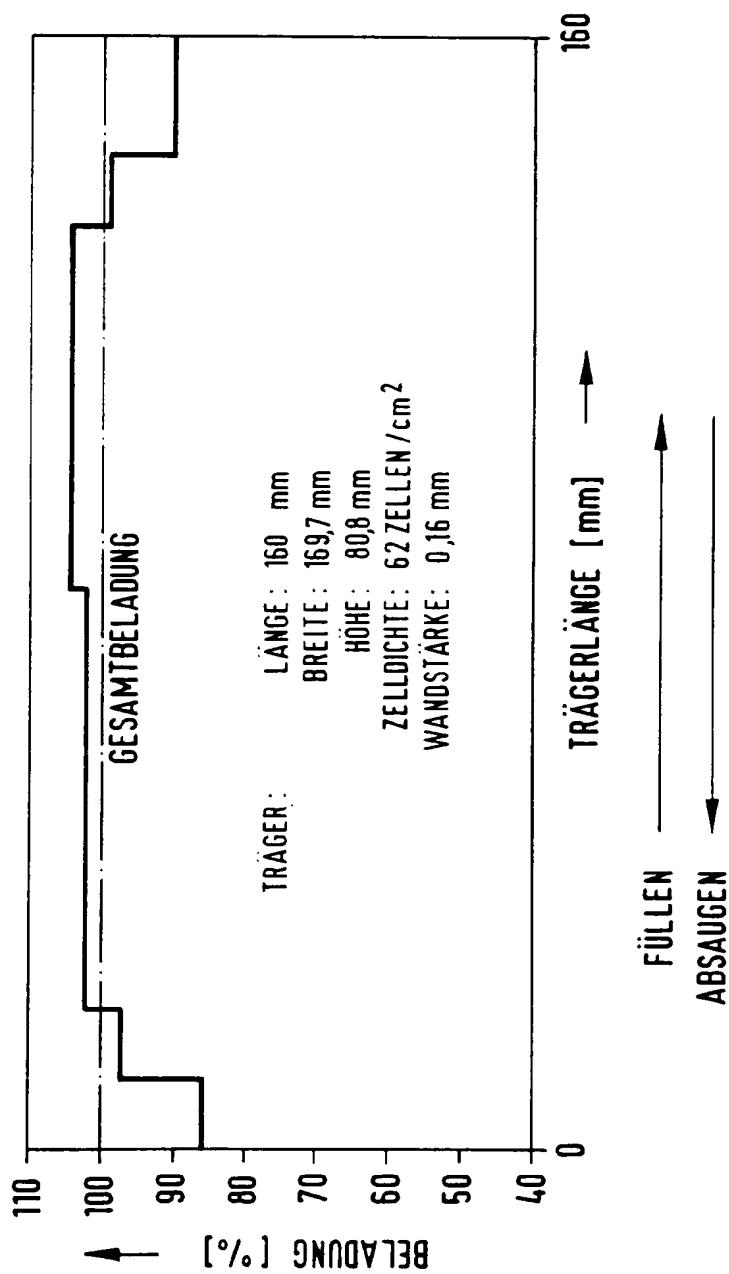


Fig. 7
 \bar{x} = DURCHSCHNITTLICHE WASHCOATAUFNAHME
 R = STREUUNG DER INDIVIDUALWERTE

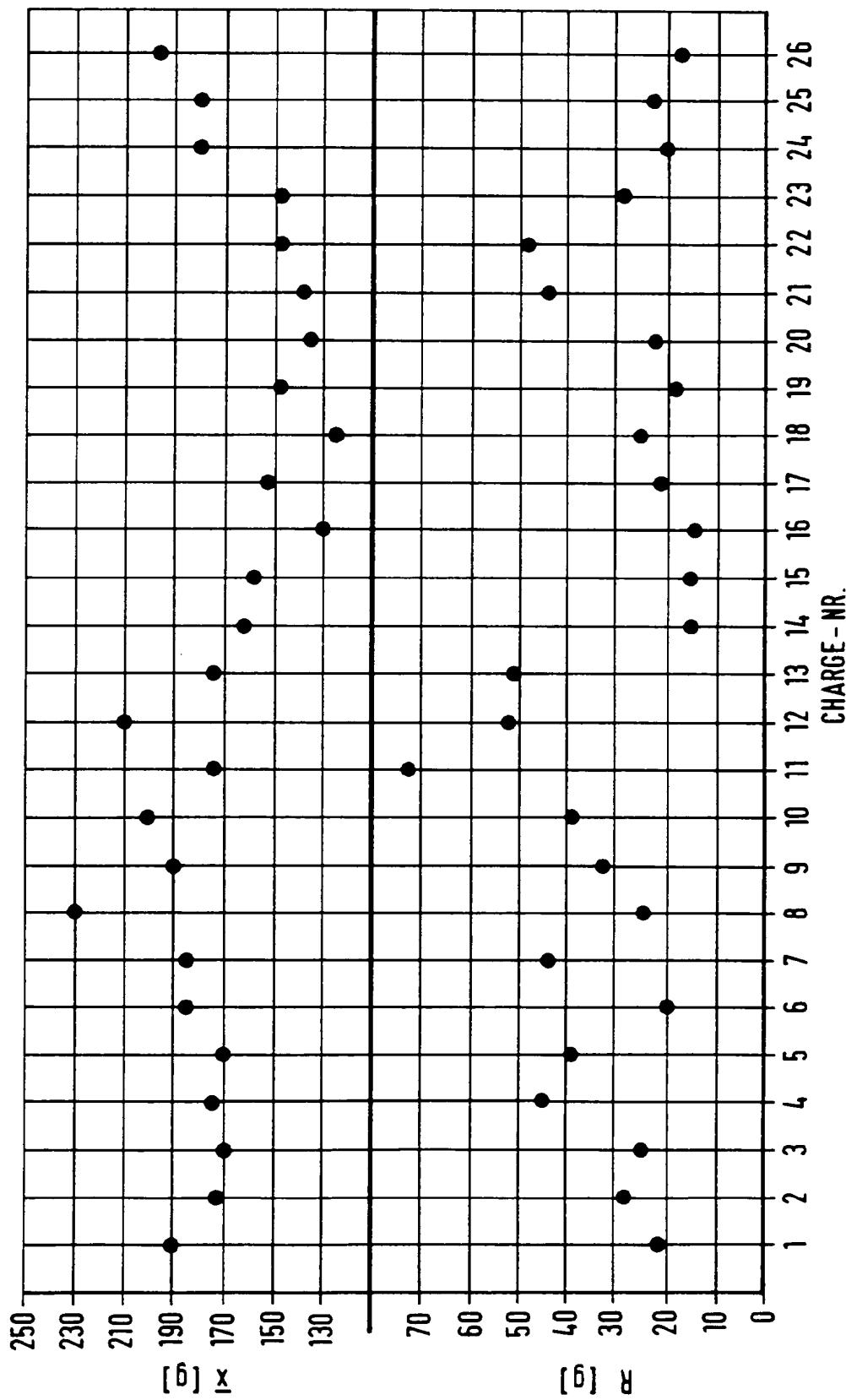


Fig. 8

\bar{x} = DURCHSCHNITTLICHE WASHCOATAUFNAHME

R = STREUUNG DER INDIVIDUALWERTE

